

Izabela Dasiewicz-Szparaga<sup>(1)</sup>, Sławomir Janas<sup>(2)</sup>, Małgorzata Kowalska<sup>(3)</sup>

<sup>(1)</sup>Wodociągi Miejskie w Radomiu, <sup>(2)</sup>Laboratorium Badawcze Radwag, <sup>(3)</sup>Katedra Chemii, Wydziału Materiałoznawstwa Technologii i Wzornictwa, Uniwersytet Technologiczno-Humanistyczny w Radomiu

## Promieniowanie mikrofalowe i podczerwone w badaniach zawartości suchej masy substancji organicznej osadów ściekowych

### Streszczenie

Obecnie zazwyczaj podczas wyznaczenia suchej masy osadów ściekowych wykorzystuje się metody znormalizowane. W ogólnym ujęciu polegają one określeniu masy osadu przed i po procesie odwadniania. Ze względu na czasochłonność ich zastosowanie jest znacznie ograniczone. Substytutem często stosowanym w tych badaniach są wagosuszarki w których źródłem ciepła jest promieniowanie podczerwone. Pozwalają one na skrócenie czasu prowadzenia analizy do kilkunastu lub kilkudziesięciu minut. Proces badania zawartości masy suchej jest w pełni automatyczny, poprzez co nie jest wymagany ciągły nadzór personelu technicznego. Celem prezentowanej publikacji jest przedstawienie innej alternatywnej metody badania suchej masy osadów ściekowych z wykorzystaniem promieniowania mikrofalowego. Wagosuszarka mikrofalowa PMV 50 użyta w badaniach to nowoczesne urządzenie, które realizuje pomiar zawartości masy suchej osadu w pełni automatycznie. W czasie badań uzyskano dokładność pomiaru 0.05 %, średni czas analizy 5 minut 42 sekundy przy odchyleniu standardowym z serii pomiarów 0.26 %.

## Wstęp

Postępująca urbanizacja i konsumpcyjny trybu życia współczesnych społeczeństw jest jedną z przyczyn wzrostu ilości odpadów ściekowych. Najprostszą metodą zagospodarowania zwiększającej się ilości odpadów jest ich składowanie lub spalanie. Uwzględniając fakt, iż odpady ściekowe zawierają duże ilości substancji organicznych oraz składników pokarmowych należy stwierdzić, że nie jest to optymalna metoda ich utylizacji. Jak wskazują autorzy (Jakubas 2006) znacznie lepszym rozwiązaniem pod względem ekonomicznym jak i w aspekcie zrównoważonego rozwoju jest wykorzystanie odpadów ściekowych w działalności rolniczej. Odwodnione osady ściekowe zawierają duże ilości makroskładników, azotu, fosforu, magnezu, siarki poprzez co wspomagają w widoczny sposób procesy plonotwórcze w rolnictwie. Osady przeznaczone do wykorzystania rolniczego powinny dodatkowo spełniać wymagania dotyczące zawartości grzybów, bakterii, wirusów, jaj pasożytów czy metali ciężkich (Napora, Grobelak 2014). Występowanie nadmiernej ilości metali ciężkich w osadach ściekowych praktycznie wyklucza możliwość stosowania odwodnionych osadów ściekowych w rolnictwie, ale nadal można te osady przetwarzać celem wykorzystania ich jako paliwo alternatywne (Środa i in. 2006). Można zatem stwierdzić, że nie każdy osad ściekowy jest optymalnym surowcem do przetworzenia celem jego aplikacji w rolnictwie. Wskazuje się jednakże na przemysł spożywczy, jako ten, który generuje osad ściekowy o najmniejszej ilości metali ciężkich oraz innych niepożądanych substancji.

Badania zawartości masy suchej osadów ściekowych wykonano w Laboratorium Badawczym Sekcji Ścieków Wodociągów Miejskich w Radomiu. W pierwszym etapie przeprowadzono badania zgodnie z metodą referencyjną PN-EN 12880:2004 uzyskując wynik zawartości masy suchej 22.2 %. Następnie z tej samej próbki pobrano niewielką ilość produktu, który użyto podczas badań w wykorzystaniem promieniowania mikrofalowego. Badania prowadzono z wykorzystaniem wagosuszarki mikrofalowej PMV 50 produkcji Radwag Wagi Elektroniczne, Polska. Budowę oraz ogólną zasadę działania wagosuszarki PMV 50 przedstawiono na rysunku 1 oraz 2.

Wagosuszarka **PMV** firmy Radwag jest najnowszym rozwiązaniem wykorzystującym promieniowanie mikrofalowe do badań zawartości wody oraz masy suchej. Wzrost temperatury osadu uzyskuje się w wyniku absorpcji promieniowania mikrofalowego przez związki polarne jakie znajdują się w osadzie (głównie woda). W wyniku absorpcji promieniowania następuje reorientacja dipoli związków polarnych, co prowadzi do tarcia molekularnego (Al-Harabsheh M, Al-Muhtaseb i Magee 2009). Konsekwencją tego procesu jest szybki wzrost temperatury w całej objętości produktu, dzięki czemu uzyskuje się krótki czas analizy. Efektywność i skuteczność procesu suszenia jest zależna nie tylko od mocy i częstotliwości emitowanych mikrofal, ale także od struktury produktu oraz jego składu chemicznego (Soysal 2004; Kamińska i Ciesielczyk 2011). Wagosuszarka mikrofalowa **PMV** to nowoczesne i wydajne urządzenie pomiarowe, które oferuje:

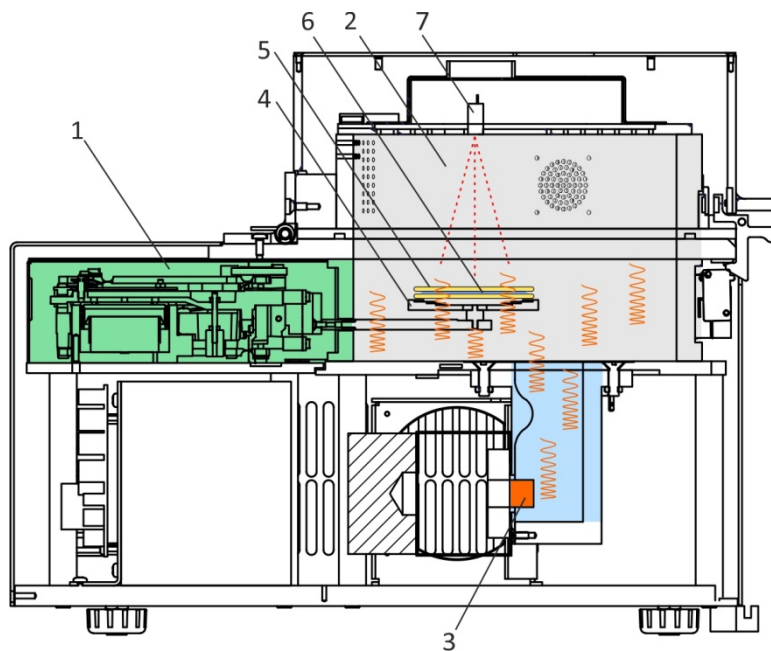
- krótki czas suszenia (max 2 – 5 minut)
- bazę produktów, programów suszenia, zrealizowanych procedur suszenia
- analizę statystyczną dla pomiarów zawartości wody wybranego produktu
- interakcyjne menu z możliwością definiowania przycisków, pól informacyjnych, poziomów dostępu do menu wagosuszarki itp.

- programwalne czujniki zbliżeniowe
- wizualizację procesu suszenia w postaci krzywej suszenia,
- export / Import bazy towarów, programów suszenia, innych danych,
- komunikację poprzez RS 232, USB, Ethernet, WiFi



Rysunek 1. Wagosuszarka mikrofalowa PMV 50

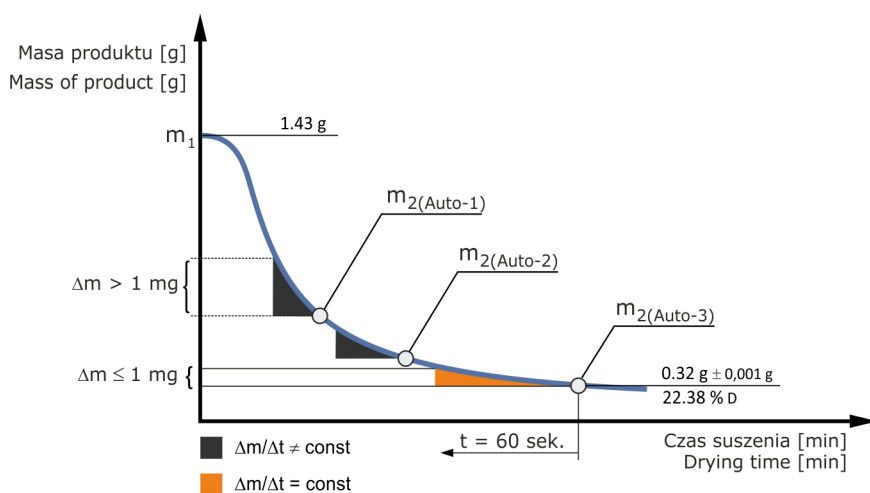
Schemat wagosuszarki mikrofalowej **PMV 50**, produkcji **Radwag Wagi Elektroniczne**, Polska z wyszczególnieniem głównych podzespołów został zaprezentowany na rysunku 2.



Rysunek 2. Schemat wagosuszarki mikrofalowej PMV 50.

Pomiar masy osadu realizuje magnetoelektryczny układ wagowy (1), który składa się z wyselekcjonowanych elementów monolitycznych poprzez co układ wagowy jest stabilny nawet przy niestabilnych warunkach zewnętrznych. W komorze suszenia (2) znajduje się szalka (4), na której pomiędzy dwoma filtrami z włókna szklanego (5) umieszcza się próbkę osadu (6). Magnetron (3) emituje mikrofałe, które w osadzie (6) wywołują efekt dipolowy cząstek wody. Powoduje to wzrost temperatury osadu, która jest monitorowana przez czujnik podczerwieni (7) zainstalowany w górnej części komory suszenia (2). Ta informacja jest wykorzystywana poprzez układ sterowania mocą magnetronu (3). Wraz ze spadkiem temperatury analizowanego osadu moc emitowanych mikrofał jest płynnie dopasowywana do dynamiki zachodzącego procesu.

Analiza zawartości masy suchej jest realizowana do momentu, gdy spełniony będzie warunek niezmienności masy osadu w czasie co jest jednoznaczne z całkowitą desorpcją wody ze struktury badanego osadu. Zasadę działania tego mechanizmu pokazano na rysunku 3.



Rysunek 3. Schemat wagosuszarki mikrofalowej PMV 50.

Zawartość masy suchej osadów ściekowych (%D) jest automatycznie wyliczana wg. zależności:

$$\%D = \frac{m_1 - m_2}{m_2} \cdot 100 \%$$

gdzie: % D – zawartość masy suchej

$m_1$  – masa osadu wilgotnego, przed rozpoczęciem analizy

$m_2$  – masa osadu suchego, po zakończeniu analizy

## Rezultaty i dyskusja

Pierwszym etapem badań było wyznaczenie zawartości masy suchej w osadach ściekowych metodą PN-EN 12880:2004. Otrzymano zawartość masy suchej 22.20 %, którą przyjęto jako punkt odniesienia dla określania dokładności metody wykorzystującej promieniowanie mikrofalowe (wagosuszarka PMV 50). Niewielka ilość osadu w postaci cienkiej warstwy była umieszczana między dwoma filtrami z włókna szklanego. Tak przygotowana próbka była suszona do uzyskania stałej masy.

Doświadczalnie ustalono, że optymalną temperaturą prowadzenia analizy jest 80°C, przy zakończeniu procesu suszenia Auto 2. Odpowiadało to niezmienności masy osadu po suszeniu w zakresie 1 mg w czasie 25 sekund. Wyniki jakie uzyskano w badaniach zaprezentowano w tabeli 1.

Tabela 1. Zawartość masy suchej w osadach ściekowych (wagosuszarka PMV 50)

| Masa osadu [g] | Moc mikrofal [%] | Temperatura osadu [°C] | Zawartość masy suchej [%] | Czas analizy [min:s] |
|----------------|------------------|------------------------|---------------------------|----------------------|
| 2.59           | 100              | 80                     | 22.4936                   | 14:28                |
| 0.89           | 100              | 80                     | 21.8504                   | 03:57                |
| 1.25           | 100              | 80                     | 22.5041                   | 10:05                |
| 1.43           | 100              | 80                     | 22.1389                   | 07:10                |
| 0.91           | 100              | 80                     | 22.4554                   | 03:44                |
| 0.98           | 100              | 80                     | 22.1585                   | 05:03                |
| 1.72           | 100              | 80                     | 21.8110                   | 05:22                |
| 1.99           | 100              | 80                     | 22.4425                   | 04:52                |
| 1.11           | 100              | 80                     | 22.3246                   | 04:21                |
| 1.64           | 100              | 80                     | 22.2348                   | 05:49                |
| 1.66           | 100              | 80                     | 22.5374                   | 06:46                |

Dokładność badania zawartości masy wyniosła 0.05 %. Wyznaczono ją z poniższej zależności:

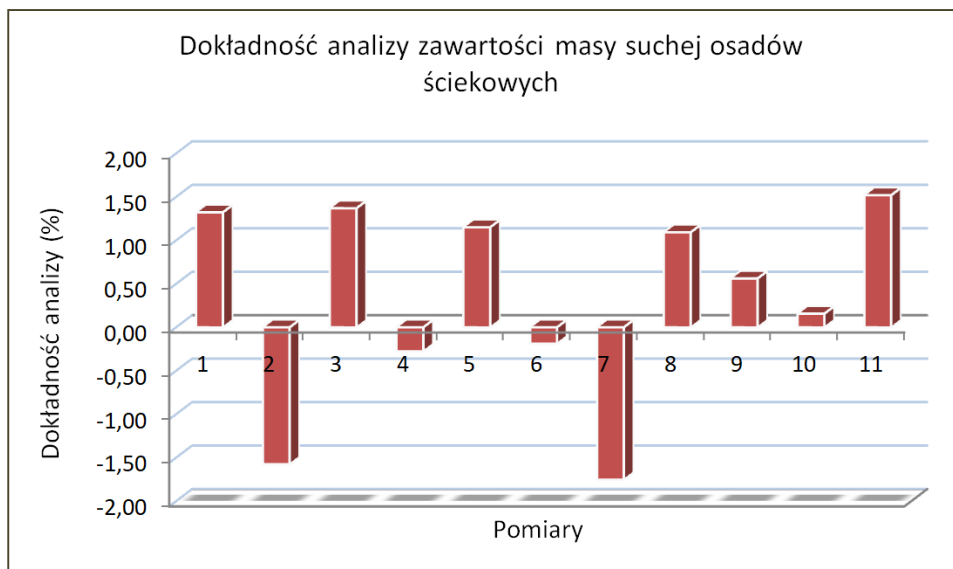
$$A = \bar{x}_{EN\ 12880} - \bar{x}_{PMV\ 50}$$

gdzie: A – dokładność badania

$\bar{x}_{EN\ 12880}$  - średnia zawartości masy suchej osadów ściekowych uzyskanych metodą PN-EN 12880

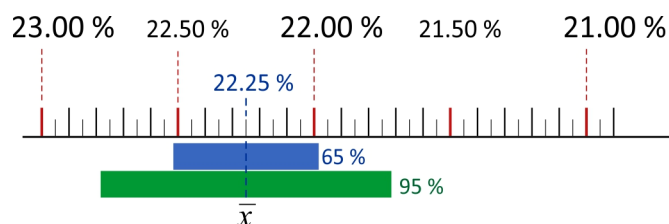
$\bar{x}_{PMV\ 50}$  - średnia zawartości masy suchej osadów ściekowych uzyskanych metodą suszenia mikrofalowego (PMV 50)

Odchylenie dokładności kolejnych pomiarów zawartości masy suchej względem wartości uzyskanej w metodzie odniesienia PN-EN 12880 wyrażone w procentach przedstawiono na rysunku 4. Największe odchylenie dokładności wyniosło 1,75 % a najmniejsze 0.19 % co świadczyło o niejednorodnej strukturze analizowanego produktu. Należy zatem stwierdzić, że homogeniczność struktury badanej próbki miała znaczący wpływ na dokładność i precyzję badania.



Rysunek 4. Dokładność badania zawartości masy suchej osadów ściekowych metodą promieniowania mikrofalowego (wagosuszarka PMV 50)

Dla metody wykorzystującej promieniowanie mikrofalowe precyzję pomiarów przedstawiono za pomocą odchylenia standardowego z serii pomiarów uzyskując wartość 0.26 % masy suchej. Wykorzystując tę wartość do oszacowania niepewności pomiaru zawartości masy suchej stwierdzono, że zawartość masy suchej osadów ściekowych z prawdopodobieństwem 95 % znajduje się w przedziale od 21.73 % do 22.77 %. Graficznie przedstawiono to na rysunku 5.



Rysunek 5. Niepewność wyznaczenia masy suchej osadów ściekowych

Podczas oceny jakości osadów ściekowych po odwodnieniu zazwyczaj wykonuje się jedno oznaczenie. Należy jednakże zauważyć, że w przypadku osadów ściekowych, które stanowią mieszaninę różnych substancji uzyskany wynik może nie być reprezentatywny. Z tego powodu zaleca się wykonanie co najmniej trzech oznaczeń co pozwoli na uzyskanie bardziej wiarygodnego wyniku. W kontekście tak postawionego problemu czas analizy staje się kluczowym elementem. W zrealizowanych badaniach z wykorzystaniem promieniowania mikrofalowego uzyskano średni czas analizy 5 minut 42 sekund. Był to czas badania relatywnie krótki względem czasu badania tych samych próbek za pomocą promieniowania podczerwonego, które wymagało czasu ok. 30 – 40 minut.

## Podsumowanie

Stosując metodę wykorzystującą mikrofalę w badaniu zawartości masy suchej osadu uzyskano co najmniej 6 - krotne skrócenie czasu analizy względem metody bazującej na promieniowaniu podczerwonym. Dokładność prowadzonej analizy była porównywalna z dokładnością metody referencyjnej. Stwierdzono, że precyzja pomiarów była zależna od jednorodności analizowanego osadu. Ze względu na krótki czas badania wagosuszarka PMV 50 może być wykorzystywana wszędzie tam, gdzie informacja o zawartości masy suchej musi być uzyskana szybko i pewnie.

## Literatura

1. Al-Harash M., A.H. Al-Muhtaseb, T.R.A. Magee. 2009. Microwave drying kinetics of tomato pomace: Effect of osmotic dehydration. *Chemical Engineering and Processing* 48: 524–531.
2. Jakubas M. 2006. Ocena przydatności osadów ściekowych w nawożeniu roślin. *Woda-Ścieki- Obszary Wiejskie* t6, z.2 (18), 87-97
3. Kamińska A., W. Ciesielczyk. 2011. Kinetyka suszenia mikrofalowego wybranych warzyw i owoców”. *Inżynieria i Aparatura Chemiczna* 50 (1): 19-20.
4. Napora A., A. Grobelak. 2014. Wpływ osadów ściekowych na aktywność mikrobiologiczną i biochemiczną gleby. *Inżynieria i Ochrona Środowiska* t 17(4), 619-630
5. PN-EN 12880:2004. Charakterystyka osadów ściekowych. Oznaczanie suchej pozostałości i zawartości wody.
6. Środa K., A. Kijo-Kleczkowska, H. Otwinowski. 2012. Termiczne unieszkodliwianie osadów ściekowych . *Inżynieria Ekologiczna* 28, 67-81.
7. Soysal Y. 2004. Microwave Drying Characteristics of Parsley. *Biosystems Engineering* 89 (2): 167-173.